

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО НАУЧНЫХ ОРГАНИЗАЦИЙ

**Федеральное государственное бюджетное учреждение науки
Новосибирский институт органической химии им. Н.Н. Ворожцова
Сибирского отделения
Российской академии наук (НИОХ СО РАН)**

УТВЕРЖДАЮ

Врио директора НИОХ СО РАН,
д.ф.-м.н., проф.

_____ Е.Г. Багрянская

«___» _____ 201__ г.

Специальные методы синтеза органических соединений
Рабочая программа практикума и самостоятельной работы аспирантов

Направление подготовки 04.06.01 «Химические науки»

Учебно-методический комплекс

Учебно-методический комплекс предназначен для аспирантов Новосибирского института органической химии им. Н.Н. Ворожцова Сибирского отделения Российской академии наук, направление подготовки 04.06.01 «Химические науки». В состав пособия включена программа практикума «Специальные методы синтеза органических соединений». Кроме того, приведен набор задач для самостоятельной работы аспирантов с использованием учебной литературы и персонального компьютера и даны примеры вариантов контрольных работ, коллоквиумов и задач, предлагаемых на экзаменах в прошлые годы.

Составители: к.х.н. Воробьев А.Ю., доц., к.х.н. Пантелеева Е.В.

Аннотация рабочей программы

Дисциплина «Специальные методы синтеза органических соединений» относится к вариативной части (профильные дисциплины) высшего профессионального образования (аспирантура) по направлению подготовки 04.06.01 «Химические науки» (Исследователь. Преподаватель-исследователь). Данная дисциплина реализуется в Федеральном государственном бюджетном учреждении науки Новосибирском институте органической химии им. Н.Н. Ворожцова Сибирского отделения Российской академии наук (ИНХ СО РАН).

Практикум предназначен для формирования у аспирантов профессиональных навыков синтеза органических соединений, выделения и очистки продуктов реакции, их идентификации с использованием данных физико-химических методов исследования строения веществ (ЯМР-, ИК-спектроскопия, ГЖХ-МС спектрометрия).

Дисциплина нацелена на формирование у выпускника, освоившего программу аспирантуры, универсальных компетенций УК-1, УК-2, УК-3, УК-4, УК-5, общепрофессиональных компетенций ОПК-1, ОПК-2, ОПК-3.

Преподавание дисциплины предусматривает следующие формы организации учебного процесса: вводное семинарское занятие, практические занятия, коллоквиумы.

Программой дисциплины предусмотрены следующие виды контроля:

Текущий контроль. В течение семестра по каждому разделу курса выполняются лабораторные работы (1-2 работы), которые сдаются преподавателю в форме коллоквиума, объединяющего практический результат и теоретические представления по каждой теме практикума. Выполнение указанных видов работ является обязательным для всех аспирантов.

Итоговый контроль. Для контроля усвоения дисциплины учебным планом предусмотрен зачет, который выставляется при условии выполнения всех предусмотренных курсом лабораторных работ и сдачи коллоквиумов.

Общая трудоемкость дисциплины составляет 8 зачетных единиц, 288 академических часа. Программой дисциплины предусмотрены: 134 часов на лабораторные занятия, 1 час на вводное семинарское, 6 часов на коллоквиумы, 3 часа на зачет и 144 часа самостоятельной работы аспирантов.

1. Цели освоения дисциплины

Актуальность практикума заключается в использовании в его программе методик, заимствованных из современной оригинальной литературы и не входящих в общие практикумы по органической химии, а также в привлечении спектральной информации для доказательства строения полученных веществ. Это позволяет сформировать у аспирантов навыки проведения эксперимента и анализа получаемых результатов, позволяющие выполнять преддипломную и дипломную работы на достаточно высоком уровне, соответствующем современным мировым требованиям.

Основной целью освоения дисциплины является ознакомление аспирантов с методами, не включаемыми в общие практикумы по органической химии, связанными с повышенной опасностью (на примере гетерогенного каталитического гидрирования водородом при атмосферном и повышенном давлении), а также приобретение навыков работы с соединениями, характеризующимися высокой реакционной способностью и чувствительностью к кислороду и влаге (на примере комплексных гидридов металлов, литийорганических соединений). Также целью освоения дисциплины является знакомство аспирантов с работой микроволновых реакторов и проточного реактора гидрирования H-Qube Pro.

Для достижения поставленной цели выделяются задачи практикума, состоящие в освоении техники проведения эксперимента в инертной атмосфере и при повышенном давлении в автоклаве, в изучении способов приготовления и использования катализаторов

гидрирования, простого и модифицированного гидрида алюминия, литийорганических соединений, в применении ректификации для разделения смесей соединений с близкими температурами кипения; в формировании навыков использования данных спектральных методов анализа для доказательства строения полученных аспирантом соединений.

2. Место дисциплины в структуре ООП

Дисциплина «Специальные методы синтеза органических соединений» относится к вариативной части первого блока структуры программы аспирантуры по направлению подготовки 04.06.01 «Химические науки» (Исследователь. Преподаватель-исследователь).

Дисциплина опирается на следующие дисциплины:

- Физическая химия (строение и свойства атома, природа химической связи, химическая реакция, понятия о кинетике и термодинамике реакций, кислотно-основные равновесия);
- Неорганическая химия (строение и свойства атомов, строение молекул, химическая связь);
- Основы компьютерной грамотности (навыки обращения с ПК);
- Аналитическая химия (химические равновесия, органические соединения как лиганды);
- Органическая химия;
- Химические основы жизни (роль органических соединений в органической жизни);
- Охрана окружающей среды (роль органических соединений в органической жизни);
- Методология органического синтеза.

Результаты освоения дисциплины «Специальные методы синтеза органических соединений» используются в следующих дисциплинах:

- Научно-исследовательская практика;
- Итоговая государственная аттестация.

3. Компетенции обучающегося, формируемые в результате освоения дисциплины «Специальные методы синтеза органических соединений»:

Универсальные компетенции:

- способность к критическому анализу и оценке современных научных достижений, генерирование новых идей при решении исследовательских и практических задач, в том числе в междисциплинарных областях (УК-1);
- способность проектировать и осуществлять комплексные исследования, в том числе междисциплинарные, на основе целостного системного научного мировоззрения с использованием знаний в области истории и философии науки (УК-2);
- готовность участвовать в работе российских и международных исследовательских коллективов по решению научных и научно-образовательных задач (УК-3);
- готовность использовать современные методы и технологии научной коммуникации на государственном и иностранном языках (УК-4);
- способность планировать и решать задачи собственного профессионального и личностного развития (УК-5).

Общепрофессиональные компетенции:

- способность самостоятельно осуществлять научно-исследовательскую деятельность в соответствующей профессиональной области с использованием современных методов исследования и информационно-коммуникационных технологий (ОПК-1);
- готовность организовать работу исследовательского коллектива в области химии и смежных наук (ОПК-2);
- готовность к преподавательской деятельности по основным образовательным программам высшего образования (ОПК-3).

В результате освоения дисциплины обучающийся должен:

- **иметь представление** об общих методах восстановления органических соединений, механизмах каталитического гидрирования и восстановления с использованием комплексных гидридов металлов, о механизме и способах построения углеродного скелета с использованием литийорганических соединений, о разделении жидкостей методом ректификации, о работе микроволновых реакторов, о работе проточных реакторов;
- **знать** в рамках каждого из разделов характер зависимости синтетического результата от строения исходного соединения, природы катализатора и реагента, условий проведения эксперимента;
- **уметь** монтировать экспериментальные установки, позволяющие использовать газообразные реагенты, хранящиеся в баллонах, а также обеспечивать проведение синтеза в инертной атмосфере; приготавливать катализатор гидрирования (Ni_{Re}), получать комплексные гидриды металлов включая, их смешанные и модифицированные формы, синтезировать литийорганические соединения методами прямого взаимодействия лития с галогенсодежащими соединениями и путем переметаллирования, целенаправленно использовать указанные реагенты в синтезе, уметь пользоваться микроволновым реактором CEM Discover S-class и проточным реактором гидрирования ThalesNano H-Cube Pro.

4. Структура и содержание дисциплины

Трудоемкость дисциплины составляет 8 зачетных единиц, 288 академических часов.

Раздел дисциплины	Виды учебной работы, включая самостоятельную работу аспирантов и трудоемкость (в часах)					Контроль
	Семинары	Лаборатор. занятия	Коллоквиумы	Самост. работа	Зачет	
Введение. Общие требования по технике безопасности проведения практических работ в лаборатории.	1					
Гидрирование на гетерогенном катализаторе		52	2	52		Коллоквиум
Ректификация		14	1	14		Коллоквиум
Восстановление органических соединений комплексными гидридами металлов		24	1	24		Коллоквиум
Литийорганические соединения в синтезе		36	1	36		Коллоквиум
Применение микроволновых реакторов в органическом синтезе		8	1	8		Коллоквиум
				10	3	Зачет
Всего:	1	134	6	144	3	288

Содержание отдельных разделов и тем курса:

Гидрирование на гетерогенном катализаторе. Типы катализаторов гидрирования.

Представление о механизмах каталитического гидрирования. Влияние строения восстанавливаемого субстрата, природы катализатора, условий реакции на селективность гидрирования. Представление о работе проточного реактора гидрирования ThalesNano H-Cube Pro.

Лабораторные работы.

Гидрокориичная кислота.

Бензилацетон.

Бензилацетофенон.

Дигидро- α -терпинеол.

Циклопентанол.

Тетрагидрофурановый спирт.

Циклогексиламин.

Метилциклогексан.

o-Фенилендиамин.

n-Аминофенол.

Восстановление органических соединений комплексными гидридами металлов.

Зависимость восстановительных свойств от строения комплексных гидридов (незамещенные, замещенные и смешанные алюмо- и борогидриды металлов). Механизм гидридного восстановления. Техника эксперимента при получении и использовании комплексных гидридов, выбор растворителя.

Лабораторные работы.

1-Фениэтанол.

Фталиловый спирт.

Изоборнеол.

N-Этиланилин.

Коричный спирт.

Циклопентанол.

4-Хлорбензиловый спирт.

Литийорганические соединения в синтезе. Строение литийорганических соединений. Методы синтеза, основанные на замещении атома галогена литием и реакции переметаллирования. Синтетическое использование литийорганических соединений.

Лабораторные работы.

Дифенилстирилметанол.

1,1,2-Трифениэтанол-1.

Дифенил(5-бром-2-метоксифенил)метанол.

2,6-Диметоксибензальдегид.

2,6-Диметокситолуол.

Дифенил(2,6-диметоксифенил)метанол.

транс-4-Нитро-4'-метоксистильбен.

Ректификация. Основные принципы разделения смесей соединений с использованием ректификационных колонок. Типы колонок, насадок и организации процесса ректификации. Количественные показатели эффективности разделения.

Лабораторные работы.

Экспериментальное определение числа теоретических тарелок лабораторных колонок с металлической и стеклянной насадками.

Разделение смеси, полученной после гидрирования циклопентанона в автоклаве, выделение циклопентанола.

Очистка тетрагидрофуранового спирта.

Применение микроволновых реакторов в органическом синтезе. Устройство и принцип работы микроволновых реакторов. Использование микроволнового излучения в органической химии.

Лабораторные работы.

1-бутилпиридиний хлорид.

Этиловый эфир 6-метил-2-оксо-4-фенил-1,2,3,4-тетрагидропиридин-5-карбоновой кислоты.

5. Образовательные технологии

Виды/формы образовательных технологий. Наличие обязательных для итоговой аттестации аспиранта контрольных точек (коллоквиумов) заставляет аспирантов активно работать в течение всего семестра. Для удобства работы аспирантов создан учебник «И.Б. Репинская, М.С. Шварцберг. Избранные методы синтеза органических соединений. Новосибирск: Изд. НГУ, 2000», содержащий информацию по основным разделам практикума и необходимую для выполнения лабораторных работ.

6. Учебно-методическое обеспечение самостоятельной работы аспирантов. Оценочные средства для текущего контроля успеваемости, промежуточной аттестации по итогам освоения дисциплины

Перечень примерных контрольных вопросов и заданий для самостоятельной работы.

- Гидрирование важнейших классов органических соединений (этилены, ацетилены, арены и гетарены, карбонильные соединения, галогенпроизводные, нитрилы, сложные эфиры и амиды карбоновых кислот), восстановительное алкилирование аммиака и аминов.

- Восстановление важнейших классов органических соединений (альдегиды и кетоны, карбоновые кислоты и их производные – соли, хлорангидриды, ангидриды, сложные эфиры, лактоны, амиды, лактамы, нитрилы, нитро- и нитрозосоединения, оксимы и имины, эпоксиды и спирты, галогенпроизводные углеводородов).

- Присоединение литийорганических соединений по кратным связям углерод-углерод, углерод-азот, углерод-кислород; реакции замещения; получение реакционноспособных интермедиатов на основе и синтез других металлоорганических соединений на основе литийорганики; разрыв связи кислород-углерод простых эфиров; промышленное использование.

- Способы оценки эффективности ректификации. Калибровочные смеси, принципы построения калибровочных кривых.

- Применение микроволнового излучения в органической химии

Образцы вопросов для подготовки к зачету.

- Механизм и синтетические результаты гидрирования основных классов органических соединений.

- Механизм и стереохимические аспекты гидридного восстановления производных карбоновых кислот.

- Характер реакционной способности и синтетическое использование литийорганических соединений.

7. Учебно-методическое и информационное обеспечение дисциплины

а) основная литература:

1. И.Б. Репинская, М.С. Шварцберг. Избранные методы синтеза органических соединений. Новосибирск: Изд. НГУ, 2000, – 284 с.
2. Титце Л., Айхер Т. Препаративная органическая химия. М.: Мир, 2004, – 704 с.
3. Кейл Б. Лабораторная техника органической химии. Москва: Мир, 1966, – 751 с.

б) дополнительная литература:

1. Вейганд-Хильгетаг. Методы эксперимента в органической химии. Москва: Химия, 1968, – 944 с.
2. А. Хайош. Комплексные гидриды в органической химии. Л.: Химия, 1971, – 624 с.
3. Э Крель. Руководство по лабораторной перегонке. Москва: Химия 1980, – 519 с.

4. Органикум. Практикум по органической химии. В 2-х т. 2-е изд. М.: Мир. 1979. Т1 – 453 с., Т2 – 442 с.
5. Казицина Л.А., Куплетская Н.Б. Применение УФ-, ЯМР-, ИК- и масс-спектрологии в органической химии. М.: МГУ, 1979, – 238 с.
6. А Гордон, Р Форд. Спутник химика. М.: Мир, 1976 – 544 с.

в) Интернет-ресурсы:

1. Резников В.А. Лекции по курсу органической химии для биологов и медиков. <http://www.fen.nsu.ru/fen.phtml?topic=meth>.
2. Резников В.А., Штейнгарц В.Д. Аминокислоты. Новосибирск: Изд-во НГУ, 1999. <http://orgchem.nsu.ru/lit/amino.pdf>.
3. Резников В.А., Штейнгарц В.Д. Гетероциклические соединения. Новосибирск: Изд-во НГУ, 2000. http://www.nioch.nsc.ru/cafedra/2k_xim_m/hetero.htm.
4. Резников В.А., Штейнгарц В.Д. Углеводы. Новосибирск: Изд-во НГУ, 2002. <http://orgchem.nsu.ru/lit/carbohydr.pdf>.
5. Резников В.А. Химия азотсодержащих органических соединений. Новосибирск: Изд-во НГУ, 2006 <http://orgchem.nsu.ru/lit/azotorganic.pdf>.
6. Резников В.А. Сборник задач и упражнений по органической химии. Новосиб. гос. ун-т. Новосибирск, 2007 <http://orgchem.nsu.ru/lit/zadachnik.htm>.

8. Материально-техническое обеспечение дисциплины

• Приборы:

Спектрометр ЯМР Bruker Avance-3-500

ИК-спектрометр Varian 660 IR

УФ-спектрометр Cary 50

Газовый хромато-масс-спектрометр Agilent 5973N EI/PCI

Микроволновой реактор CEM Discover S-class

Проточный реактор гидрирования ThalesNano H-Cube Pro

- Компьютерный терминальный класс (15 рабочих мест)

- Персональные компьютеры с необходимым ПО (10), мультимедийный проектор, ноутбуки, экраны.

• Лабораторная техника:

Испарители ротационные ИКА-Lab (по одному на 3-5 аспирантов). Магнитные мешалки с подогревом и терморегуляторами, и без подогрева, плитки нагревательные с терморегуляторами, колбонагреватели, верхнеприводные мешалки, льдогенератор, шкафы сушильные, муфельные печи, термостаты фирм ИКА-Lab и Daihan Scientific, приборы для измерения коэффициента преломления (Mettler Toledo), температуры плавления, электронные весы различного класса точности - от технических до аналитических (Ohaus). Лабораторная посуда для проведения современного органического синтеза, включая возможности проведения химических операций в инертной атмосфере или в вакууме.

Лаборатория, оснащенная необходимой специализированной мебелью, включая вытяжные шкафы из расчета не более двух аспирантов на один, лабораторные химические столы, аквадистилляторы и т.п. Форвакуумные, мембранные и водоструйные насосы, баллоны с аргоном.

Программа составлена в соответствии с требованиями ФГОС ВО, принятым в ФГБУН Новосибирском институте органической химии им. Н.Н. Ворожцова Сибирского отделения Российской академии наук (НИОХ СО РАН), с учётом рекомендаций ОПОП

ВО по направлению подготовки 04.06.01 «Химические науки» (Исследователь. Преподаватель-исследователь).

Автор:

к.х.н. Алексей Юрьевич Воробьев, доц., к.х.н. Елена Валерьевна Пантелеева

Программа одобрена на заседании Ученого совета "19" сентября 2014 г.